

基礎 1：試料セット～ビーム発生・停止～試料取り外し

1. 加速電圧印加
 - (参照) 加速電圧設定
 - 加速電圧をスタンバイ (160 kV) から運転状態 (200 kV) に変更
2. 試料セット
 - (参照) 試料セット (1軸傾斜ホルダ・2軸傾斜ホルダ)
 - 試料破損注意
 - ホルダ破損注意
3. クリーニング
 - (参照) 試料クリーニング
 - イオンクリーナーで試料をクリーニングする。
 - 試料破損注意
4. 試料ホルダ挿入
 - (参照) 試料ホルダ挿入
 - 真空度悪化注意
 - ホルダ・ポールピース・絞り破損注意
5. 電子線発生
 - (参照) 電子線発生・停止 (基礎)
 - Filament Onで電子線を発生させる。
6. 電子線停止
 - (参照) 電子線発生・停止 (基礎)
 - Filament Offで電子線を停止させる。
7. 試料ホルダ引抜き
 - (参照) 試料ホルダ引抜き
 - 真空度悪化注意
 - ホルダ・ポールピース・絞り破損注意
8. 試料取り外し
 - (参照) 試料セット (1軸傾斜ホルダ・2軸傾斜ホルダ)
 - 試料破損注意
 - ホルダ破損注意
9. スタンバイ
 - (参照) 加速電圧設定
 - 加速電圧を運転状態 (200 kV) からスタンバイ (160 kV) に変更

試料セット（1軸傾斜ホルダ）



試料・試料ホルダは破損しやすい為、丁寧に扱うこと。

- 試料ホルダのOリングから先を素手で触れないこと。（皮脂が付着し真空度の悪化につながる）
- 工具類（ピンセット・ドライバー等）が変形していないこと。
 - 工具類の先端を素手で触れないこと。
- 作業はデジタル顕微鏡（もしくは実態顕微鏡）観察下で行うこと

試料取り付け

1. 準備

- a. 試料ホルダー台をデジタル顕微鏡（もしくは実体顕微鏡）下に設置する。
- b. 工具類を作業しやすい位置にまとめておく。
 - i. ピンセット
 - ii. 精密ピンセット
 - iii. 真空ピンセット
 - iv. 専用ドライバー
 - v. シリコンマット（試料一時置き場）
- c. デジタル顕微鏡の電源をOnにし、試料交換台にフォーカスを合わせておく。

2. 試料準備

- a. 試料の状態
 - i. 十分に乾燥していること。（真空を悪化させ無い為）
 - ii. 十分固定されていること。（鏡筒内で破損しないため・観察中にドリフトしない為）
 - iii. 磁化が小さいこと（対物レンズの磁界の影響を受けないようにするため）
 - iv. 観察対象部位周辺が十分に薄い（100nm以下）と考えられること。
- b. 試料を取り出し、シリコンマット上に仮置きしておく。
 - i. ホルダ搭載時に取り扱いやすいようにしておく。
 1. 葉包紙等においてもよい。
 2. グリッドケースから直接取り出してもよい。（精密ピンセット使用时）

3. ホルダ準備

- a. 使用するホルダをホルダステーションから取り出す。（ここでは1軸ホルダ）
 - i. ホルダステーションの電源On
 - ii. バルブOpen
 1. 大気リークされるまで待つ。
 - iii. ホルダ取り出し。
- b. 試料ホルダー台にホルダをセットする。（ホルダ先端を試料交換台に載せる）
- c. ホルダサポートのネジでホルダを固定する。

- d. ホルダステーションの真空引き
 - i. ダミープラグ/もしくはホルダを挿入
 - ii. [EVAC]ボタンを押す
 - 1. TMP MONITORを確認
 - a. ACC が点灯する
 - b. RUNNING が点灯するまで待つ。
 - iii. バルブClose
 - iv. ホルダステーションの電源Off
- 4. 試料搭載
 - a. 試料カートリッジ（ホルダ先端）取り外し
 - i. カートリッジ取り外し工具で固定を解除し、
 - ii. ピンセットでカートリッジをとりはずし、
 - iii. シリコンマット上に仮置きする。
 - b. 専用ドライバーで固定ネジを緩める（3回転）。



回しすぎるとネジが外れる。
十分緩めないで、プレート押さえバネが動かない。

- c. 精密ピンセットで試料押さえプレートを回転させる。
- d. 試料をホルダ先端に載せる。
 - （観察面を下向き）
- e. 精密ピンセットで試料押さえプレートを試料の上へ回転させる。）
- f. 専用ドライバーで固定ネジを締める。（2箇所）



強く締めすぎないこと。（丁度の強さ）
緩んでいないこと

- g. 試料カートリッジ（ホルダ先端）取り付け
 - i. カートリッジ取り外し工具で固定を解除し、
 - ii. ピンセットでカートリッジをとり取り付ける。

試料取り外し



試料取り付けと逆の手順

1. 鏡筒から試料ホルダを引き抜く
2. 試料ホルダー台にホルダをセットする。（ホルダ先端を試料交換台に載せる）
3. ホルダサポートのネジでホルダを固定する。

4. 試料取り外し

- a. 試料カートリッジ（ホルダ先端）取り外し
 - i. シリコンマット上へ仮置き
- b. 専用ドライバーで固定ネジを緩める（3回転）。
- c. 精密ピンセットで試料押さえプレートを回転させる。
- d. 試料を取り外す。
 - i. 取り外した試料はケースに戻しておく
- e. 精密ピンセットで試料押さえプレートを元の位置に戻す。
- f. 専用ドライバーで固定ネジを締める。（2箇所）
- g. 試料カートリッジ（ホルダ先端）取り付け

5. ホルダステーションにホルダを戻す。

- a. ホルダステーションの電源On
- b. バルブOpen
 - i. 大気リークされるまで待つ。
- c. ダミープラグを抜く。
- d. ホルダを挿入する
- e. ホルダステーションの真空引き
 - i. ダミープラグ/もしくはホルダを挿入
 - ii. [EVAC]ボタンを押す
 1. TMP MONITORを確認
 - a. ACC が点灯する
 - b. RUNNING が点灯するまで待つ。
 - iii. バルブClose
 - iv. ホルダステーションの電源Off

試料セット（2軸傾斜ホルダ）



試料・試料ホルダは破損しやすい為、丁寧に扱うこと。

- 試料ホルダのOリングから先を素手で触れないこと。（皮脂が付着し真空度の悪化につながる）
- 工具類（ピンセット・ドライバー等）が変形していないこと。
 - 工具類の先端を素手で触れないこと。
- 作業はデジタル顕微鏡（もしくは実態顕微鏡）観察下で行うこと

試料取り付け

1. 準備

- a. 試料ホルダー台をデジタル顕微鏡（もしくは実体顕微鏡）下に設置する。
- b. 工具類を作業しやすい位置にまとめておく。
 - i. 精密ピンセット
 - ii. 真空ピンセット
 - iii. 専用ドライバー
 - iv. シリコンマット（試料一時置き場）
- c. デジタル顕微鏡の電源をOnにし、試料交換台にフォーカスを合わせておく。

2. 試料準備

- a. 試料の状態
 - i. 十分に乾燥していること。（真空を悪化させ無い為）
 - ii. 十分固定されていること。（鏡筒内で破損しないため・観察中にドリフトしない為）
 - iii. 磁化が小さいこと（対物レンズの磁界の影響を受けないようにするため）
 - iv. 観察対象部位周辺が十分に薄い（100nm以下）と考えられること。
- b. 試料を取り出し、シリコンマット上に仮置きしておく。
 - i. ホルダ搭載時に取り扱いやすいようにしておく。
 1. 薬包紙等においてもよい。
 2. グリッドケースから直接取り出してもよい。（精密ピンセット使用時）

3. ホルダ準備

- a. 使用するホルダをホルダステーションから取り出す。（ここでは2軸ベリリウムホルダ）
 - i. ホルダステーションの電源On
 - ii. バルブOpen
 1. 大気リークされるまで待つ。
 - iii. ホルダ取り出し。
 1. ステージのY軸傾斜が0であることを確認。（ホルダを直接見て確認）



ステージが傾斜している場合は、ホルダー台に載せない。
ホルダ破損の恐れ。

- b. 試料ホルダー台にホルダをセットする。（ホルダ先端を試料交換台に載せる）
 - c. ホルダサポートのネジでホルダを固定する。
 - d. ホルダステーションの真空引き
 - i. ダミープラグ/もしくはホルダを挿入
 - ii. [EVAC]ボタンを押す
 1. TMP MONITORを確認
 - a. ACC が点灯する
 - b. RUNNING が点灯するまで待つ。
 - iii. バルブClose
 - iv. ホルダステーションの電源Off
4. 試料搭載
- a. 専用ドライバーで固定ネジを緩める（3回転）。



回しすぎるとネジが外れる。
十分緩めない、プレート押さえバネが動かない。

- b. 精密ピンセットでプレート押さえバネを試料固定プレート上から動かす。
- c. 試料固定プレートおよび、スペーサーを取り外し、シリコンマット上へ仮置きする。
 - （精密ピンセット・真空ピンセットを使用する）
- d. 真空ピンセットを使用し、試料をホルダ先端に載せる。
 - （観察面を下向き）
- e. 試料の上にスペーサーを載せる。
 - （試料厚さが100um以上の場合は不要。）
- f. スペーサーの上に試料固定プレートを載せる。
- g. プレート押さえバネを試料固定プレート上へ移動させる。（2箇所）
- h. 専用ドライバーで固定ネジを締める。（2箇所）



強く締めすぎないこと。（丁度の強さ）
緩んでいないこと

試料取り外し



試料取り付けと逆の手順

1. 鏡筒から試料ホルダを引き抜く
2. 試料ホルダー台にホルダをセットする。（ホルダ先端を試料交換台に載せる）

3. ホルダサポートのネジでホルダを固定する。
4. 試料取り外し
 - a. 専用ドライバーで固定ネジを緩める（3回転）。
 - b. 精密ピンセットでプレート押さえバネを試料固定プレート上から動かす。
 - c. 試料固定プレートおよび、スペーサーを取り外し、シリコンマット上へ仮置きする。
 - d. 試料をホルダ先端から試料を取り外しシリコンマットへ載せる。
 - i. 直接グリッドケースへもどしても良い。
 - e. ホルダ先端にスペーサーを載せる。
 - f. スペーサーの上に試料固定プレートを載せる。
 - g. プレート押さえバネを試料固定プレート上へ移動させる。（2箇所）
 - h. 専用ドライバーで固定ネジを締める。（2箇所）
5. ホルダステーションにホルダを戻す。
 - a. ホルダステーションの電源On
 - b. バルブOpen
 - i. 大気リークされるまで待つ。
 - c. ダミープラグを抜く。
 - d. ホルダを挿入する
 - e. ホルダステーションの真空引き
 - i. ダミープラグ/もしくはホルダを挿入
 - ii. [EVAC]ボタンを押す
 1. TMP MONITORを確認
 - a. ACC が点灯する
 - b. RUNNING が点灯するまで待つ。
 - iii. バルブClose
 - iv. ホルダステーションの電源Off

試料クリーニング

1. 注意事項

- a. クリーニング対象
 - i. STEM/EDSを行う場合
 - ii. 電解研磨試料
 - iii. 溶媒分散試料（微粒子等）
 - iv. 長期間保存した試料
- b. 不安定な放電・長時間のクリーニングでダメージが生じる場合有り

2. クリーニング手順

- a. イオンクリーナーからダミープラグを抜く
- b. イオンクリーナーへ試料ホルダを挿入する
- c. クリーニング時間をセットする。
 - Timer（右側つまみ）：通常10分
- d. イオンクリーナーの電源On
 - i. 真空引き開始
 - ii. 自動的に放電開始
- e. 放電電圧をセットする
 - V ADJ（左側つまみ）：300～310V程度
 - 低すぎると放電せず、高すぎるとプラズマが不安定
- f. クリーニングが終了すると放電が停止する。
 - 真空引きは継続
- g. イオンクリーナーの電源Off
 - i. 大気リークする（しばらく待つ）
- h. ホルダを取り出す
- i. ダミープラグを挿入する。

試料ホルダ挿入

1. ホルダ挿入前確認 (TEM本体)

- a. 試料ホルダが挿入されていない
- b. [TEM Center : 上部メニュー] Control → Beam
 - Beam Controller (for JEM Administrators) を表示
 - **加速電圧・エミッションを確認**
 1. HT Voltage : Onで高圧印加されていること。
 2. Filament : Off でビームが発生していないこと。
- c. [TEM Center : 上部メニュー] View → Valve/Vacuum Monitor
 - Valve/Vacuum Monitor を表示
 - **真空度を確認**
 1. PiG1,2,3,5 が全てEvacReady(緑色)
 2. Penning Gauge でStatusがVac.Ready、valueが20以下
 - 排気シーケンスの途中や真空不良の場合はNG。
 1. 真空度が上がるまで待つ。
 2. 十分待っても (2~30分) 真空度が回復しない場合は、管理者に連絡
- d. [TEM Center : 上部メニュー] View → Condition Monitor
 - Condition Monitorを表示
 - **アラームを確認**
 1. Status タブでエラーが出ていないこと。
- e. [TEM Center : 上部メニュー] Control → Aperture
 - Aperture Panel Controllerを表示
 - **インギャップ対物レンズ絞りを引き抜く**
 - Hole Diameter Selectで[OPEN]を選択
- f. [TEM Center : 左側TEM System Task Bar] Stage
 - **ステージ位置・傾斜を確認**
 1. Stage 位置／傾斜が原点付近にあること。
 - 通常はホルダを抜いた際にこの状態になっている。
 - 原点付近にない場合
 1. [TEM Center : 上部メニュー] Control → Stage
 - a. Stage Controllerを表示
 - b. [Stage Neutral]をクリックしてステージ初期化

2. ホルダ挿入前確認 (試料・ホルダ)

- a. 試料確認
 - i. 試料が正しく固定され、動かないこと。

- ii. 試料近傍に皮脂やホコリ等の付着がないこと。
- iii. 必要な場合はイオンクリーニングを行っていること。
- b. ホルダ確認
 - i. ホルダ先端が破損・変形していないこと。
 - ii. Oリングにホコリが付着していないこと。キズがないこと。
 - iii. (2軸ホルダーの場合) Y傾斜が0であること。
 - 1. TEMセンター上の値と、実際のステージの傾きの両方を確認
- 3. ホルダ挿入
 - a. ホルダのハンドルと、Oリングの手前を両手でもち、ガイドピンの向きを合わせ、ゴニオメーターに真っ直ぐ挿入する。
 - i. 止まるまで押し込み、手は添えたままにする。
 - ii. この位置で、挿入検知用のスイッチが動作する。(回転させると解除されるので、手を動かさないこと)
 - b. ゴニオメーター:PUMP/AIRスイッチをPUMPに切り替える。
 - i. 試料前室が排気される。
 - ii. 緑ランプが点灯し、PiG4がEvacReady (緑色) になるまで待つ。
 - c. ホルダを挿入する
 - i. 時計回りにホルダを (小さく) 回す。(止まるまで)
 - ii. ホルダが引き込まれる。(少し)
 - iii. 時計回りにホルダを (大きく) 回す。(止まるまで)
 - iv. ホルダが (大きく) 引き込まれる。(止まるまで手を離さないこと)
 - v. (2軸ホルダの場合) Y軸傾斜用のケーブルを接続する。



上記の作業では

- ホルダから手を離さないこと。
 - 真空中にホルダが引き込まれて破損する恐れ
- 適切なスピードで操作する事。
 - 遅すぎても早すぎても、真空悪化の原因となる。
 - 余裕がある場合は、Penning Gauge/SIPの値をみながら作業する

- d. ホルダを選択する
 - i. ホルダを挿入すると、Specimenペインが表示される。
 - [TEM Center : 上部メニュー] Control → Specimen
 - ii. Specimen Holderのドロップダウンリストで挿入したホルダを選択する。
 - iii. [OK]ボタンをクリック
 - ホルダごとにステージの移動・傾斜範囲がことなるため、必ず挿入したホルダを選択する。
- e. 真空の回復を待つ
 - i. Penning Gauge 20以下

ii. SIP 10^{-5} Pa台

試料ホルダ引抜き

1. ホルダ引抜き前確認

- a. **電子線を停止する。**
 - (参照)電子線発生・停止 (基礎)
- b. [EDSコントローラー]
 - **EDS検出器を退避させる (EDSを使用した場合)**
 1. [RETRUCT]ボタン長押し
 2. 検出器が試料室から引き抜かれる。
- c. [TEM Center：上部メニュー] Control → Stage
 - Stage Controllerを表示
 - **ステージ位置・傾斜を初期化**
 1. [Stage Neutral]をクリックしてステージ初期化
- d. [TEM Center：上部メニュー] Control → Aperture
 - Aperture Panel Controllerを表示
 - **インギャップ対物レンズ絞りを引き抜く**
 - Hole Diameter Selectで[OPEN]を選択

2. ホルダ引抜き

- a. ホルダ引抜き (予備排気室まで)
 - i. ホルダを真っ直ぐ引く (大きく・止まるまで)
 - ii. ホルダを反時計回りに回転させる (大きく・止まるまで)
 - iii. ホルダを握り直す。
 - iv. ホルダを真っ直ぐ引く (小さく・止まるまで・すぐ止まる)
 - v. ホルダを反時計回りに回転させる (小さく・止まるまで・すぐ止まる・まだ**引き抜かない**・手は添えたまま)
- b. [ゴニオメーター]
 - i. PUMP/AIRスイッチをAirに切り替える
 - ii. N2が導入される。
 - iii. N2導入が停止する。予備排気室リーク完了
- c. ホルダを真っ直ぐ引き抜く



上記の作業では

- ホルダから手を離さないこと。
 - 真空中にホルダが引き込まれて破損する恐れ
- 適切なスピードで操作する事。
 - 遅すぎても早すぎても、真空悪化の原因となる。
 - 余裕がある場合は、Penning Gauge／SIPの値をみながら作業する
- ホルダをしっかり握りゆっくり作業すること。
- 引抜き時にホルダ先端が暴れてゴニオメーターにぶつからないように注意

加速電圧設定

昇圧：160kV（スタンバイ）→200kV（運転）

1. 加速電圧がスタンバイ状態（160kV）かつ暗電流（電子線停止時のBeam Current）が $80\pm 2\mu\text{A}$ であることを確認する。
 - a. [TEM Center：上部メニュー] Control → Beam
 - Beam Controller (for JEM Administrators) を表示
 - b. HT Voltage / Current HT: を確認（160kV）
 - 停止している場合は管理者に連絡（昇圧しない）
 - c. Filament / Beam Current HT: を確認（ $80\pm 2\mu\text{A}$ ）
 - 安定していない場合は管理者に連絡（昇圧しない）
2. 放電を避けるため、ゆっくり昇圧する
 - a. [TEM Center：上部メニュー] Application → HT Scheduling
 - HT Schedulingを表示
 - b. Liner Step において昇圧条件を設定
 - Step Volt = 0.1 kV, Interval Time = 3s

降圧：200kV（運転）→160kV（スタンバイ）

1. 加速電圧を160 kV（スタンバイ状態）に設定する
 - a. [TEM Center：上部メニュー] Control → Beam
 - Beam Controller (for JEM Administrators) を表示
 - b. HT Voltage :[160]を選択
 - c. Filament / Beam Current HT: を確認（ $80\pm 2\mu\text{A}$ ）
 - 安定していない場合は管理者に連絡

電子線発生・停止（基礎）

電子線発生

1. 事前確認

- a. 加速電圧・昇圧（必要な場合）（参照）加速電圧設定
- b. 暗電流確認



（暗電流）Beam Current が 100 ± 3 （200kV）

- c. ホルダ挿入（参照）試料セット

2. [TEM Center：上部メニュー] View → Valve/Vacuum Monitor

- Valve/Vacuum Monitor を表示
- **真空度を確認**
 1. Penning Gauge 20以下
 2. SIP 10^{-5} Pa台



真空度が悪い場合は電子線を発生させない
フィラメント寿命が短くなる場合があります。

3. [TEM Center：上部メニュー] Control → Beam

- Beam Controller (for JEM Administrators) を表示



Filament:[ON]ボタンがグレーアウトしている場合は管理者に連絡。

- **電子線発生**

1. Filament :[ON] ボタンをクリック
2. Beam Current が上昇することを確認。
 - a. 103~107uA 程度
 - b. Beam Currentが変化しない場合以下の可能性があります。（管理者に連絡）
 - i. フィラメント断線
 - ii. 目標フィラメント電流（Filament/Target）が低い
 - iii. Bias電圧が低い



BIAS調整と断線確認は管理者が行います。

4. 電子線確認

- a. スクリーン上に電子線が表示されていることを確認。
 - 電子線が表示されない場合は

1. 電子線経路から絞りをすべて引き抜く
 - 制限視野絞り・対物絞り（ハイコントラスト・インギャップ）・コンデンサ絞り
2. 試料を動かして電子線経路から外す。
 - a. または、試料を取り外してホルダを挿入する。
3. 倍率を下げ、ビームを絞る。



上記を実施しても電子線が表示されない場合は管理者に連絡
(ビームのセンタリング・アライメントを実施)

電子線停止

1. [TEM Center：上部メニュー] Control → Beam
 - Beam Controller (for JEM Administrators) を表示
 - **電子線停止**
 1. Filament :[ON] ボタンをクリック
 2. Beam Current が低下することを確認。
2. ホルダ引抜き（必要な場合）
3. 加速電圧・スタンバイ（必要な場合）
 - a. Beam Controller /HT Voltageでスタンバイ用電圧（160kV）に設定。